

## ЭФФЕКТИВНОСТЬ РЕКУПЕРАЦИИ ВОДОЙ ЭТИЛОВОГО СПИРТА ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ ФИТОПРЕПАРАТОВ (сообщение 1)

Витебский государственный  
медицинский университет

Препараты из лекарственного растительного сырья широко применяются в современной медицине для лечения и профилактики многих заболеваний. Обширную группу среди них составляют извлечения: экстракты, настойки, эликсиры, которые по фармакопеям различных стран получают методами экстрагирования сырья определенным растворителем, чаще всего этиловым спиртом различной концентрации.

Несмотря на многовековую историю применения данной группы препаратов, технология их получения остается традиционной. После экстрагирования отработанное сырье удерживает от 1-го до 3-х объемов экстрагента по отношению к массе сырья. Поэтому завершающей стадией экстракционного процесса является рекуперация экстрагента из отработанного сырья. Она может быть осуществлена отгонкой водяным паром благодаря специальной конструкции экстракторов. Если на фармацевтическом предприятии нет соответствующего оборудования и водяного пара как теплоносителя, то рекуперацию этилового спирта из шрота проводят методом вымывания водой [4,6].

В литературе приводятся ограниченные сведения об эффективности способа рекуперации этилового спирта методом вытеснения водой. Известно, что промывные воды представляют собой малоконцентрированные растворы этилового спирта и используются для приготовления экстрагента при получении одноименной продукции либо подвергаются ректификации [3,8].

При обработке шрота водой происходит процесс экстрагирования поглощенного спирта, то есть протекают явления

массообмена в системе твердое тело-жидкость. Следовательно, можно предположить, что данный процесс подчиняется общим законам массопередачи, что позволяет применить математические методы для изучения эффективности рекуперации этилового спирта водой.

Цель данной работы – определить теоретически и экспериментально эффективность рекуперации поглощенного этилового спирта методом вытеснения водой из отработанного сырья красавки.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для прогнозирования эффективности извлечения экстрагента водой из отработанного сырья были использованы расчетные уравнения равновесных состояний экстрагирования.

При равновесном состоянии молекулы этилового спирта распределяются пропорционально объемам жидкости, содержащейся в порах частиц и за их пределами, т.е. коэффициент распределения поглощенного этилового спирта в системе растительное сырье – экстрагент равен единице [5].

При обработке шрота водой методом прямоточного многоступенчатого экстрагирования (ремацерации) и достижения равновесия на каждой ступени ремацерации концентрация этилового спирта во внутреннем и внешнем соке одинакова. Эффективность извлечения экстрагента при равновесном состоянии определяется соотношением сливаемого и удержанного шротом водного рекуперата.

Количество этилового спирта (Э), извлеченного водой, можно определить, используя формулу:

$$\text{Э} = \frac{M_1 \times U}{M_2} \quad (1),$$

где  $M_1$  – масса водного слива,

$U$  – масса абсолютного этилового спирта, поглощенного отработанным сырьем,

$M_2$  – масса жидкой фазы в системе сырье-экстрагент.

Для точного определения массы жидкой фазы необходимо учитывать как массу внешнего сока, так и массу раствора,

образовавшегося внутри частиц и содержащего экстрактивные вещества и влагу сырья [7].

В эксперименте использовали листья красавки (с-з «Радуга» Симферопольского р-на, номер партии – 11000), соответствующие требованиям фармакопейной статьи [2], содержащие 30,89 % экстрактивных веществ и 8 % влаги.

10,0 г измельченных листьев красавки плотно укладывали в лабораторный стеклянный экстрактор и экстрагировали в статических условиях 70 % этиловым спиртом методом бисмацерации, настаивая сырье каждый раз в течение 1 часа. Максимально слив спиртовое извлечение (самотеком), осуществляли рекуперацию поглощенного экстрагента водой. Для этого сырье в экстракторе дважды заливали водой до «зеркала» и настаивали каждый раз в течение 45 мин., так как ранее нами было установлено, что данная продолжительность обработки шрота листьев красавки водой оптимальна для достижения равновесия в системе сырье-экстрагент [9]. По истечении времени рекуперации водное извлечение максимально сливали (самотеком). На каждой стадии экстрактор с сырьем взвешивали с точностью до 0,01 г и определяли массу залитого объема экстрагента и слитого извлечения. При опреде-

лении массы жидкой фазы в экстракторе учитывали содержание влаги и экстрактивных веществ в навеске сырья и параллельно определяли выход экстрактивных веществ из листьев красавки на каждой стадии экстракционного процесса (см. табл. 1).

Используя формулу (1), расчетным путем определяли количество абсолютного этилового спирта, извлекаемого на каждой ступени рекуперации экстрагента водой.

Расчеты проводили следующим образом. При экстрагировании 10,0 г измельченных листьев красавки с содержанием 3,089 г экстрактивных веществ и 0,8 г влаги использовали 61,6 г этилового спирта 70 % (62,4 % по массе), что составило 38,44 г абсолютного этилового спирта.

Масса жидкой фазы в системе сырье-экстрагент с учетом влажности сырья составила: 61,6 г + 0,8 г = 62,4 г. Концентрация этилового спирта в данной жидкой фазе была равна 61,6 % по массе.

После максимального слива спиртового извлечения сырьем удержано 16,64 г этилового спирта с концентрацией 61,6 %, что составило 10,25 г абсолютного этилового спирта.

После экстрагирования этиловым спиртом в сырье вместе с поглощенным экстрагентом осталось 1,163 г экстрактив-

Таблица 1

Выход экстрактивных веществ из листьев красавки при экстрагировании 70 % этиловым спиртом и последующей рекуперации поглощенного экстрагента водой (n=3)

| Стадия процесса                         | Продолжительность стадии, час. | Объем извлечения, мл | Содерж. экстрактивных веществ в извлечении, % | Выход экстрактивных веществ, % |
|---|--------------------------------|----------------------|---|--------------------------------|
| 1-е настаивание с 70 % этиловым спиртом | 1                              | 22                   | 7,40±1,98                                     | 52,70                          |
| 2-е настаивание с 70 % этиловым спиртом | 1                              | 22                   | 1,36±0,72                                     | 9,65                           |
| 1-е настаивание с водой                 | 0,75                           | 28                   | 2,11±1,33                                     | 19,10                          |
| 2-е настаивание с водой                 | 0,75                           | 28                   | 1,35±0,79                                     | 12,24                          |
| Всего:                                  | 3,5                            | 100                  |   | 93,69                          |

ных веществ (извлечено 62,35 % экстрактивных веществ).

Масса жидкой фазы при настаивании шрота листьев с водой равна сумме массы залитой воды, массы удержанного этилового спирта, массы оставшихся экстрактивных веществ и влаги навески сырья. При 1-й мацерации водой масса жидкой фазы равна: 34,48 г + 16,64 г + 0,8 г + 1,163 г = 53,08 г. Зная, что масса слитого водного извлечения составила 30,24 г, используя формулу (1), находили массу извлеченного этилового спирта ( $\Xi_1$ ) при 1-й мацерации водой:

$$\Xi_1 = \frac{30,24 \times 10,25}{53,08} = 5,84 \text{ г}$$

Масса жидкой фазы при 2-м настаивании шрота листьев с водой равна сумме массы жидкости, оставшейся в сырье после слива 1-го водного извлечения, и массы залитой воды: 22,84 г + 19,84 г = 42,68 г. Зная, что масса слитого извлечения составила 19,28 г, а остаток этилового спирта в шроте 4,41 г (10,25 г - 5,84 г), находили массу извлеченного экстрагента ( $\Xi_2$ ) при 2-й мацерации водой:

$$\Xi_2 = \frac{19,28 \times 4,41}{42,68} = 1,99 \text{ г}$$

Суммарно извлечено абсолютного этилового спирта: 5,84 г + 1,99 г = 7,83 г, что составило 76,38 % от удержанного сырьем абсолютного этилового спирта.

Результаты расчетов 5-ти параллельных исследований представлены в табл. 2.

Водные рекуператы объединяли и определяли содержание этилового спирта дистилляционным методом [1]. Результаты теоретических расчетов сравнивали с фактической концентрацией этилового спирта в водных извлечениях (см. табл. 3).

Для проверки статистической достоверности гипотезы  $X_1 = X_2$  вычисляли критерий Фишера:  $F = 1,07 < F(99 \%, 4, 4) = 15,98$ , т.е. статистически достоверное различие величин дисперсий определения концентрации этилового спирта расчетным и экспериментальным методами отсутствует.

Значение критерия Стьюдента  $t = 1,88 < (95 \%, 8) = 2,36$ , следовательно разность между средними значениями концентрации этилового спирта, определенными различными методами, не является значимой.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Процесс рекуперации этилового спирта из шрота листьев красавки методом вытеснения водой подчиняется общим законам массопередачи в системе твердое тело – жидкость. Результаты теоретических расчетов концентрации спирта в водных рекуператах соответствуют данным, полученным экспериментальным путем. Математические методы могут быть использованы для определения эффективности рекуперации поглощенного экстрагента и установления оптимальных параметров процесса рекуперации.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Государственная Фармакопея СССР. XI издание: В 2 т. / МЗ СССР. – М.: Медицина, 1987. – вып.1: Общие методы анализа. – С. 26-27.
2. Государственная Фармакопея СССР. XI издание: В 2 т. / МЗ СССР. – М.: Медицина, 1987. – вып.2: Общие методы анализа. Лекарственное растительное сырье. – С.251-253.
3. Ищенко В.И. Курс лекций по промышленной технологии лекарственных средств: Учебное пособие. – Витебск, изд-во ВГМУ, 2001. – С. 290-291.
4. Муравьев И.А. Технология лекарств: Учебник для студентов вузов в 2-х т. – 3-е изд., перераб. и доп. – М.: Медицина, 1980. – Т. 1 – С. 179.
5. Пономарев В.Д. Экстрагирование лекарственного растительного сырья. – М., 1976. – С. 73.
6. Промышленная технология лекарств: Учебник, в 2-х т. Том 2 / В.И. Чуешов, А.И. Зайцев, С.Т. Шебанова, Н.Е. Чернов; Под ред. В.И. Чуешова. – Харьков, 1999. – С. 93.
7. Пшуков Ю.Г. Причины расхождения теоретических расчетов эффективности

экстрагирования с экспериментальными данными и способ их устранения // Фармация. – 1990. – №5. – С. 35-38.

8. Технология лекарственных форм: Учебник в 2-х т. Том 2 / Р.В. Бобылев, Г.П. Грядунова, Л.А. Иванова и др.; Под ред. Л.А. Ивановой. – М.: Медицина, 1991. – С. 399-400.
9. Хуткина Г.А. Изучение кинетики рекуперации поглощенного этанола водой из отработанного сырья красавки и боярышника при получении настоек // Современная медицина и фармация: Материалы конф. студентов и молодых ученых ВГМУ. – Витебск, 2001. – С. 286-289.

Эффективность рекуперации поглощенного этилового спирта методом ремацерации водой из шрота листьев красавки

| № п/п | Определяемые показатели   | Результаты определений                             | Метрологические характеристики<br>$n = 5, f = 4, t (95 \%, 4) = 2,78$  |
|-------|---|--|--|
| 1.    | Масса израсходованного для экстрагирования абсол. этилового спирта, г                         | 38,44<br>38,24<br>37,88<br>35,46<br>36,41          | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 37,29 \pm 1,61$<br>$S^2 = 1,67408$<br>$S = 1,29386$<br>$\Delta X = \pm 3,59$<br>$\bar{e} = 4,32 \%$   |
| 2.    | Концентрация этилового спирта в системе сырье-экстрагент с учетом влажности сырья, % по массе | 61,60<br>61,59<br>61,59<br>61,54<br>61,56          | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 61,58 \pm 0,03$<br>$S^2 = 0,00063$<br>$S = 0,02510$<br>$\Delta X = \pm 0,07$<br>$\bar{e} = 0,05 \%$   |
| 3.    | Масса удержанного сырьем абсол. этилового спирта, г   | 10,25<br>10,17<br>10,61<br>10,95<br>10,71          | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 10,54 \pm 0,40$<br>$S^2 = 0,10572$<br>$S = 0,32515$<br>$\Delta X = \pm 0,90$<br>$\bar{e} = 3,79 \%$   |
| 4.    | Масса жидкой фазы при 1-й мацерации водой, г  | 53,08<br>53,24<br>47,54<br>57,76<br>55,14<br>53,35 | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 53,35 \pm 4,67$<br>$S^2 = 14,12332$<br>$S = 3,75810$<br>$\Delta X = \pm 10,45$<br>$\bar{e} = 8,75 \%$ |
| 5.    | Масса слитого извлечения после 1-й мацерации водой, г   | 30,24<br>30,48<br>23,28<br>34,74<br>31,33          | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 30,01 \pm 5,18$<br>$S^2 = 17,42048$<br>$S = 4,17378$<br>$\Delta X = \pm 11,6$<br>$\bar{e} = 17,26 \%$ |
| 6.    | Масса жидкой фазы, оставшейся в сырье после 1-й мацерации водой, г                            | 22,84<br>22,76<br>24,26<br>23,02<br>23,81          | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 23,34 \pm 0,82$<br>$S^2 = 0,43902$<br>$S = 0,66259$<br>$\Delta X = \pm 1,84$<br>$\bar{e} = 3,51 \%$   |
| 7.    | Извлечено абсол. этилового спирта при 1-й мацерации водой, г                                  | 5,84<br>5,82<br>5,19<br>6,59<br>6,09               | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 5,91 \pm 0,63$<br>$S^2 = 0,25653$<br>$S = 0,50649$<br>$\Delta X = \pm 1,41$<br>$\bar{e} = 10,66 \%$   |
| 8.    | Остаток абсол. этилового спирта в сырье после 1-й мацерации водой, г                          | 4,41<br>4,35<br>5,41<br>4,36<br>4,62               | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 4,63 \pm 0,56$<br>$S^2 = 0,20205$<br>$S = 0,44950$<br>$\Delta X = \pm 1,25$<br>$\bar{e} = 12,09 \%$   |

|     |  |   |   |
|-----|--|---|---|
| 9.  | Масса жидкой фазы при 2-й мацерации водой, г                           | 42,68<br>39,0<br>52,22<br>49,50<br>45,63  | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 45,81 \pm 6,55$<br>$S^2 = 27,72738$<br>$S = 5,26568$<br>$\Delta X = \pm 14,64$<br>$\bar{e} = 14,29 \%$ |
| 10. | Масса слитого извлечения после 2-й мацерации водой, г                  | 19,28<br>17,04<br>27,72<br>25,50<br>23,94 | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 22,69 \pm 5,5$<br>$S^2 = 19,57748$<br>$S = 4,42464$<br>$\Delta X = \pm 12,3$<br>$\bar{e} = 24,24\%$    |
| 11. | Извлечено абсол. этилового спирта при 2-й мацерации водой, г           | 1,99<br>1,90<br>2,87<br>2,25<br>2,42      | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 2,29 \pm 0,48$<br>$S^2 = 0,14923$<br>$S = 0,38630$<br>$\Delta X = \pm 1,07$<br>$\bar{e} = 20,96 \%$    |
| 12. | Суммарно извлечено абсол. этилового спирта водой, г                    | 7,83<br>7,72<br>8,07<br>8,84<br>8,51      | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 8,19 \pm 0,59$<br>$S^2 = 0,22243$<br>$S = 0,47162$<br>$\Delta X = \pm 1,31$<br>$\bar{e} = 7,20 \%$     |
| 13. | Остаток абсол. этилового спирта в отработанном сырье, г                | 2,42<br>2,45<br>2,54<br>2,11<br>2,20      | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 2,34 \pm 0,22$<br>$S^2 = 0,03273$<br>$S = 0,18091$<br>$\Delta X = \pm 0,50$<br>$\bar{e} = 9,40 \%$     |
| 14. | % извлеченного абсол. этилового спирта по отношению к удержанному      | 76,38<br>75,91<br>76,06<br>80,73<br>79,46 | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 77,71 \pm 2,77$<br>$S^2 = 4,97857$<br>$S = 2,23127$<br>$\Delta X = \pm 6,20$<br>$\bar{e} = 3,56 \%$    |
| 15. | Масса объединенных водных сливов, г                                    | 49,52<br>47,52<br>51,0<br>60,24<br>55,27  | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 52,71 \pm 6,32$<br>$S^2 = 25,8227$<br>$S = 5,08160$<br>$\Delta X = \pm 14,13$<br>$\bar{e} = 11,99 \%$  |
| 16. | % извлеченного абсол. этилового спирта по отношению к израсходованному | 20,37<br>20,19<br>21,30<br>24,93<br>23,37 | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 22,03 \pm 2,55$<br>$S^2 = 4,21992$<br>$S = 2,05424$<br>$\Delta X = \pm 5,71$<br>$\bar{e} = 11,57 \%$   |

**Результаты количественного определения этилового спирта в водных  
рекуператах шрота листьев красавки**

| № опыта   | Содержание этилового спирта, %    |  |
|---|-----------------------------------|--|
|   | Результаты теоретических расчетов | Найдено экспериментально   |
| 1   | 19,51                             | 18,90  |
| 2   | 20,05                             | 18,92  |
| 3   | 19,53                             | 18,90  |
| 4   | 18,14                             | 17,33  |
| 5   | 19,01                             | 17,84  |
| <b>Метрологические характеристики</b><br><b>n = 5, f = 4, t (95 %, 4) = 2,78</b>  |                                   |  |
| $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 19,25 \pm 0,89$<br>$S^2 = 0,51892$<br>$S = 0,72036$<br>$\Delta X = \pm 2,0$<br>$\bar{e} = 4,65 \%$ |                                   | $\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 18,38 \pm 0,93$<br>$S^2 = 0,55662$<br>$S = 0,74607$<br>$\Delta X = \pm 2,07$<br>$\bar{e} = 5,05 \%$ |